

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①2 **Offenlegungsschrift**
①1 **DE 3039487 A1**

⑤1 Int. Cl. 3:

G 01 N 25/14

G 01 N 33/22

G 01 N 33/28

G 01 N 33/42

②1 Aktenzeichen:

P 30 39 487.7

②2 Anmeldetag:

18. 10. 80

④3 Offenlegungstag:

19. 5. 82

DE 3039487 A1

⑦1 Anmelder

Compagnie Française de Raffinage S.A., Paris, FR;
Leybold-Heraeus GmbH, 5000 Köln, DE

⑦2 Erfinder:

Goupil, Jean, 76610 Le Havre, FR; Mouton, Marcel, 76600
Le Havre, FR; Fischer, Willi, 6453 Seligenstadt, DE

⑦4 Vertreter:

Leineweber, J., Dipl.-Phys., Pat.-Ass., 5000 Köln

⑤6 Recherchenergebnis gem. § 43 Abs. 1 Satz 1 PatG:

DE-AS 11 58 729

DE-OS 15 98 265

DE-Z: GIT Fachz. Lab. 11. Jg., H. 9, Sept. 1967, S. 856, 857;

DE-Buch: E. Krell: Handbuch der Laboratoriums-
Destillation, Berlin 1958, S. 248-259;

⑤4 Verfahren und Vorrichtung zur Untersuchung von hochsiedenden Produkten durch Destillation

DE 3039487 A1

19 10 00

Platt Zeichnung aus
getauscht. La-M.6.87

3039487

80.024

5

COMPAGNIE FRANÇAISE DE RAFFINAGE SA, Paris,
und
LEYBOLD-HERAEUS GMBH, Köln-Bayental

10 Verfahren und Vorrichtung zur Untersuchung von
hochsiedenden Produkten durch Destillation

ANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Untersuchung von hochsiedenden Produkten durch Destillation, dadurch gekennzeichnet, daß ein an sich bekanntes, kontinuierlich ablaufendes Kurzweg-Destillationsverfahren angewendet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß aus einem Vorratsgefäß (11) über eine Dosierpumpe (16) und ein Überströmventil (22) zugeführtes Rohprodukt dem Kurzweg-Destillationsverfahren unterworfen wird und daß mindestens ein Teil dieser der Zuführung des Rohproduktes dienenden Bauteile, die Kurzweg-Destillationsanlage, der Destillatauslauf und der Rückstandsauflauf unabhängig voneinander beheizt und wahlweise auf unterschiedliche Temperaturen eingestellt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Rohprodukt mit einem Rollenwischersystem auf der Verdampferfläche der Kurzweg-Destillationsanlage verteilt wird.
4. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, 2 oder 3, gekennzeichnet durch eine an sich bekannte Kurzweg-Destillationseinrichtung (1).
5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß zur Einspeisung des Rohproduktes in die Kurzweg-Destillationseinrichtung (1) ein Vorratsgefäß (11), eine Dosierpumpe (16) und eine mit einem Überströmventil (22) ausgerüstete Zuführungsleitung (21) vorgesehen sind.

/2

- 5 6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die der Einspeisung des Rohproduktes dienenden Bauteile (11, 16, 21) gemeinsam beheizbar sind.
- 10 7. Vorrichtung nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Vorratsgefäß (11), die Dosierpumpe (16) und die Zuführungsleitung (21) jeweils mit hintereinander geschalteten Heizmänteln (12, 17, 25) ausgerüstet und mit einem Heizthermostaten (26) verbunden sind.
- 15 8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Kurzweg-Destillationseinrichtung, der Destillatauslauf und der Rückstandsauslauf mit voneinander getrennten Heizmänteln versehen sind und daß diesen Heizmänteln jeweils ein unabhängiger Heizthermostat zugeordnet ist.
- 20 9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Vorratsgefäß (11) mit einer Meßbürette zur schnellen und exakten Bestimmung des Dosierstromes ausgerüstet ist.
- 25 10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß dem Destillatauslauf und dem Rückstandsauslauf jeweils eine Sammelkammer mit einem Karussell für mehrere Probengläser zugeordnet sind.
- 30 11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Kurzweg-Destillationseinrichtung (1) mit einem Rollenwischsystem (3) zur Verteilung des Rohproduktes auf der Verdampferfläche ausgerüstet ist.
- 35 12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der der Evakuierung der Kurzweg-Destillationseinrichtung dienende Pumpstand sowie die Versorgungs-, Kontroll- und Meßgeräte gemeinsam in einem Schrank (53) untergebracht sind und daß der Destillationsteil an einer Seitenwand des Schrankes montiert ist.
13. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß dem Destillationsteil Schutzbügel (56) zugeordnet sind.

5 COMPAGNIE FRANÇAISE DE RAFFINAGE SA, Paris,
und
LEYBOLD-HERAEUS GMBH, Köln-Bayental

10 Verfahren und Vorrichtung zur Untersuchung von
hochsiedenden Produkten durch Destillation

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Untersuchung von
hochsiedenden Produkten durch Destillation. Außerdem bezieht
15 sich die Erfindung auf eine für die Durchführung dieses
Verfahrens geeignete Vorrichtung. Unter hochsiedenden
Produkten sollen insbesondere Erdöl, Kohleöl, Bitumen,
Asphalt u. dgl. verstanden werden.

20 Die bisher z. B. in den Mineralöllabors angewandten
Destillationsmethoden erlauben, Destillatfraktionen mit
einem atmosphärischen Siedepunkt bis 500°C zu erzeugen.
Dabei wird durch den Anschluß einer Vakuumpumpe der Druck
in der Apparatur so weit erniedrigt, daß der Siedepunkt an
25 die untere Grenze der Zersetzungstemperatur abgesenkt wird.
Da aus physikalischen Gründen bei diesem Destillationsvorgang
der Druck nicht weiter gesenkt werden kann, sind die noch
höher siedenden Anteile nicht mehr durch Destillation zu
gewinnen. Abgesehen davon, daß zur Erzeugung eines Siede-
30 schnittes zwischen ca. 450 und 500°C der Rückstand sich
bereits deutlich zersetzt, wird bei noch höherer Temperatur
auch das Destillat thermisch so weit geschädigt, daß keine
reproduzierbaren Verhältnisse mehr gegeben sind. Über einen
atmosphärischen Siedepunkt von 500°C ist man deshalb bisher
35 nicht hinausgegangen. Damit verbleiben im Rückstand dieser
Destillationen wesentliche Anteile, die einer weitergehenden
Untersuchung entzogen werden.

5 Ein weiterer Nachteil der in Mineralöllabors gebräuchlichen
Destillationsmethode besteht darin, daß diese diskontinuier-
lich abläuft. Soll bei dieser vorbekannten Destillation zur
Erzeugung von größeren Destillatmengen der Blaseninhalt
vergrößert werden, dann ergeben sich längere Destillations-
10 zeiten. Die damit verbundenden größeren Schichthöhen führen
zu ungünstigen Temperaturprofilen in der Flüssigkeit. Das
Ergebnis ist eine stärkere Zersetzung und ein früheres
Abknicken der Siedekurve. Damit ergibt sich eine Abhängigkeit
des Destillationsergebnisses vom Blaseninhalt.

15 Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein
verbessertes Verfahren zur Untersuchung von hochsiedenden
Produkten durch Destillation anzugeben. Insbesondere sollen
Anteile dieser Produkte mit atmosphärischen Siedepunkten von
über 500° C noch als Destillat gewonnen werden können.
20

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß zur
Destillation des Produktes ein an sich bekanntes, kontinuier-
lich ablaufendes Kurzweg-Destillationsverfahren angewendet
wird. Der besondere Vorteil dieses Verfahrens liegt darin,
25 daß der Druck so weit erniedrigt werden kann, daß auch
Anteile mit einem atmosphärischen Siedepunkt von bis zu
700° C noch zersetzungsfrei als Destillat gewonnen werden
können. Der Grund dafür liegt darin, daß beim Kurzweg-
Destillationsverfahren das Produkt auf einer beheizten
30 Fläche als dünner, ständig bewegter Film ausgebreitet wird.
Der Dampf schlägt sich an einem im kurzen Abstand davon ange-
ordneten Kondensator nieder. Die Verweilzeit des Produktes auf
der Verdampferfläche beträgt dadurch nur einige Sekunden und
ist damit so kurz, daß der Rückstand sich nicht zersetzt.
35 Die in ihrer Struktur unveränderten Rückstandsanteile stehen
damit für weitergehende Untersuchungen zur Verfügung. Beim
Kurzweg-Destillationsverfahren ist darüberhinaus wegen der
kontinuierlichen Fahrweise das Ergebnis von der insgesamt
durchgesetzten Menge unabhängig.

- 5 Eine erfindungsgemäße Weiterbildung des Verfahrens besteht darin, daß aus einem Vorratsgefäß über eine Dosierpumpe und ein Überströmventil zugeführtes Rohprodukt dem Kurzweg-Destillationsverfahren unterworfen wird und daß mindestens ein Teil dieser der Zuführung des Rohproduktes dienenden
- 10 Bauteile, die Kurzweg-Destillationsanlage, der Destillat- auslauf und der Rückstandsauslauf unabhängig voneinander beheizt und wahlweise auf unterschiedliche Temperaturen eingestellt werden. Dieses Verfahren erlaubt es, nacheinander eine Mehrzahl von Destillationen bei definierten Temperatur-
- 15 verhältnissen vorzunehmen. Die Siedetemperatur kann z. B. dabei schrittweise jeweils um 20° C erhöht werden. Die Auswertung erfolgt in der Weise, daß der prozentuale Anteil einer einzelnen Destillatfraktion gegen die Temperatur aufgetragen wird.
- 20 Vorteilhaft ist außerdem, das Rohprodukt mit einem Rollensystem auf der Verdampferfläche der Kurzweg-Destillationsanlage zu verteilen. Derartige Rollensysteme mit vorzugsweise glatten, radial mit Spiel gelagerten Rollen
- 25 haben den Vorteil, daß sie sich der Stärke der auf der Verdampferfläche befindlichen Produktschicht besser anpassen vermögen und daß die Verweilzeit des Produktes auf dem Wischsystem selbst in der gleichen Größenordnung liegt wie die Verweilzeit des Produktes auf der Verdampferfläche, die Rollen also einen hohen Selbstreinigungseffekt haben.
- 30 Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung sollen anhand von in den Figuren 1 und 2 dargestellten Ausführungsbeispielen für Vorrichtungen zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens erläutert werden.
- 35 Bei dem in Figur 1 dargestellten Fließschema ist die an sich bekannte Kurzweg-Destillationseinrichtung mit 1 bezeichnet. Sie umfaßt einen Glaszylinder 2, die Rollenwischer 3 und die konzentrisch eingebaute Kühlwendel 4. Die Rollenwischer

- 6 -

5 bewirken die gewünschte Filmverteilung auf der Innenwand des Glaszylinders 2. Sie werden von außen über eine vakuumdichte Durchführung von einem Getriebemotor 5 angetrieben. Die Rollen selbst sind glatt und mit radialem Spiel gelagert.

10 In Höhe der Rollenwischer 3 ist der Glaszylinder 2 doppelwandig gestaltet und bildet dadurch einen Heizmantel 6. Der Heizmantel 6 ist an den Ölumwälzthermostaten 7 angeschlossen. Vorlauf- und Rücklauf-temperatur des Heizmediums werden mit Hilfe der Temperaturmeßgeräte 8 und 9 überwacht.

15 Zur Bevorratung und Temperierung des Rohproduktes dient ein Vorratsgefäß 11, das ebenfalls doppelwandig ausgebildet ist und dadurch einen Heizmantel 12 aufweist. In das Vorratsgefäß 11 ist eine Meßbürette 13 mit einem Schwimmer 14 eingebaut. Die Meßbürette 13 ist in zwei Stellungen im
20 Konus 15 einsetzbar. In einer Stellung steht der die Bürette umgebende Vorrat mit ihrem Inneren in Verbindung. In dieser Stellung füllt sich die Bürette mit Rohprodukt. In der anderen Stellung ist der Innenraum der Bürette vom Rohproduktvorrat getrennt. In dieser Stellung steht nur der
25 Büetteninhalt mit der sich an das Vorratsgefäß 11 anschließenden, als Zahnradpumpe ausgebildeten Dosierpumpe 16 in Verbindung. Mit Hilfe des Schwimmers 14 und der Meßskala 18 auf der Bürette 13 kann in der letztgenannten Stellung der Durchsatz pro Zeiteinheit schnell und exakt bestimmt werden.
30 Auch die Dosierpumpe 16 ist mit einem Heizmantel 17 versehen.

Über die Leitung 21 erfolgt die Zuführung des Rohproduktes von der Dosierpumpe 16 in die Kurzweg-Destillationseinrichtung 1. In diese Leitung 21 ist ein einstellbares Überströmventil 22 eingebaut. Mit Hilfe dieses Ventils kann die
35 Fördermenge an die unterschiedlichen Viskositätsverhältnisse

/7

- 7 -

des Produktes angepaßt werden. Zur Überwachung des Förder-
5 druckes und der Rohprodukttemperatur sind die Instrumente
23 und 24 vorgesehen.

Auch die Leitung 21 weist über ihrer gesamten Länge einen
Heizmantel 25 auf. Dieser Heizmantel 25, der Heizmantel 17
10 der Dosierpumpe 16 und der Heizmantel 12 des Vorratsgefäßes
11 sind durch Leitungen derart miteinander verbunden, daß
sie vom Heizmedium des Umwälzthermostaten 26 nacheinander
durchströmt werden. Der Anzeige der Temperatur dieses
Thermostaten dient das Meßinstrument 27. Die gewählte
15 Ausführung der Begleitheizung im gesamten Einlaßbereich
sichert die für die Förderkonstanz erforderliche Viskositäts-
konstanz des Produktes über die gesamte Destillationszeit
und die Reproduzierbarkeit.

Beim dargestellten Ausführungsbeispiel sind zwei weitere
20 Thermostaten 31 und 32, jeweils mit Temperaturmeßinstrumenten
33 und 34, vorgesehen, mit denen der Auslaufstutzen 35 für
das Destillat und der Auslaufstutzen 36 für den Rückstand
separat temperiert werden. Dazu sind beide Auslaufstutzen
25 35 und 36 jeweils wieder mit Heizmänteln 37 und 38 aus-
gerüstet. Das Heizmedium des Thermostaten 32 durchströmt
darüberhinaus die zentrale Wendel 4 des Kurzwegverdampfers 1.

An die Auslaufstutzen 35 und 36 sind vorzugsweise aus Glas
bestehende Sammelkammern 41 und 42 zur Aufnahme der Produkte
30 angeschlossen. In den Sammelkammern ist jeweils ein von
außen betätigbares Karussell 43 bzw. 44 untergebracht.
In jedes der Karusselle sind eine Mehrzahl von Proben-
gläsern 45 einsetzbar, so daß mehrere Fraktionen ohne
Unterbrechung der Destillation abgenommen werden können.

35 Der Evakuierung der Destillationsanlage dient ein Vakuum-
pumpstand 46, bestehend aus einer Diffusionspumpe 47 und
einer Vorpumpe 48. Den Vakuumpumpen vorgeschaltet ist eine
Tiefkühlfalle 49. Der vom Pumpstand 46 erzeugte Druck ist
mit Hilfe des Druckmeßinstrumentes 51 kontrollierbar.

/8

5 Zur Durchführung einer Destillation werden die Apparatur
zunächst evakuiert, die Temperaturen in den verschiedenen
Heizmänteln auf die erforderlichen Werte aufgeheizt und das
Rohprodukt in das Vorratsgefäß 11 eingefüllt. Sind die
10C gewünschten Temperaturwerte, z. B. 50 bis 120° C im
Einlaßbereich, 70 bis 150° C am Rückstandsauslauf, 20 bis
90° C am Destillatauslauf und 50 bis 300° C im Verdampfer-
mantel 6, erreicht, dann werden die Dosierpumpe 16 und der
Rollenwischer 3 eingeschaltet. Der Förderdruck sollte ca.
15 2 bar betragen. Mit Hilfe der Meßburette, der Dosierpumpe
und des Überströmventils wird die gewünschte Fördermenge
eingeregelt und aufrechterhalten.

Die während der Anfahrphase und während der Zwischenläufe
anfallenden Destillat- und Rückstandsanteile werden für das
20 Destillationsergebnis nicht berücksichtigt. Wenn sich alle
Betriebsparameter im Gleichgewicht befinden, werden durch
Drehen an den Karussellen 43 und 44 neue Probengläser 45 in
Position gebracht und die Zeit registriert. Nach einer
entsprechenden Destillationsdauer, z. B. von 40 min, werden
25 die ursprünglichen Vorlagen wieder in Position gebracht, die
Temperatur um beispielsweise 20° C erhöht und nach Wieder-
einstellung der Gleichgewichtsbedingungen neue Produkt-
vorlagen in Position gebracht. In dieser Weise wird die
Temperatur jeweils schrittweise erhöht und eine neue Fraktion
30 gesamt. Infolge der Beheizung der Auslaufstutzen ist ein
vollständiges Auslaufen des Destillats und des Rückstandes
sichergestellt.

35 Mit Hilfe der angeschlossenen Meßinstrumente werden in
regelmäßigen Abständen Durchsatz, Temperatur und Druck
kontrolliert. Nachdem die letzte Fraktion gesammelt wurde,
werden die Förderpumpe und die Heizungen abgeschaltet.
Nach dem Belüften der Apparatur werden die Destillats- und

5 Rückstandsfraktionen gewogen. Die Auswertung erfolgt in
der Weise, daß der prozentuale Anteil der einzelnen
Destillatfraktionen gegen die Temperatur des Heizmantels 6
des Kurzwegverdampfers 1 aufgetragen wird.

10 Aus der Figur 2 ist der Aufbau einer Einrichtung zur Durch-
führung des erfindungsgemäßen Verfahrens ersichtlich. Er
besteht aus einem Profilrahmenschrank 53, in dem der
Vakuumpumpstand 46, die Heizthermostate 7, 26, 31 und 32
sowie Steuer-, Regel- und Versorgungseinrichtungen unter-
gebracht sind. Auf der Frontseite befinden sich die
15 Anzeigen 54 der verschiedenen Meßgeräte.

Die rechte Seitenwand 55 des Schrankes 53 ist als Montage-
wand für den Destillationsteil ausgebildet und mit den
entsprechenden Konsolen und Durchbrüchen versehen. Im
20 einzelnen sind das Vorratsgefäß 11, der Kurzwegverdampfer 1
und eine der Sammelkammern 41 erkennbar. Auch die Kühl-
falle 49 liegt außerhalb des Schrankes 53, damit sie bequem
zugänglich ist. Durch zwei Schutzbügel 56 (nur einer,
der vordere, ist sichtbar) ist der Destillationsteil gegen
25 Beschädigung geschützt.

30

35

10
Leerseite

Nummer:
Int. Cl.³:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

3039 487
G 01 N 25/14
18. Oktober 1980
19. Mai 1982

1180

- 11 -

- 11 -

3039487

NAOHGEREICHT

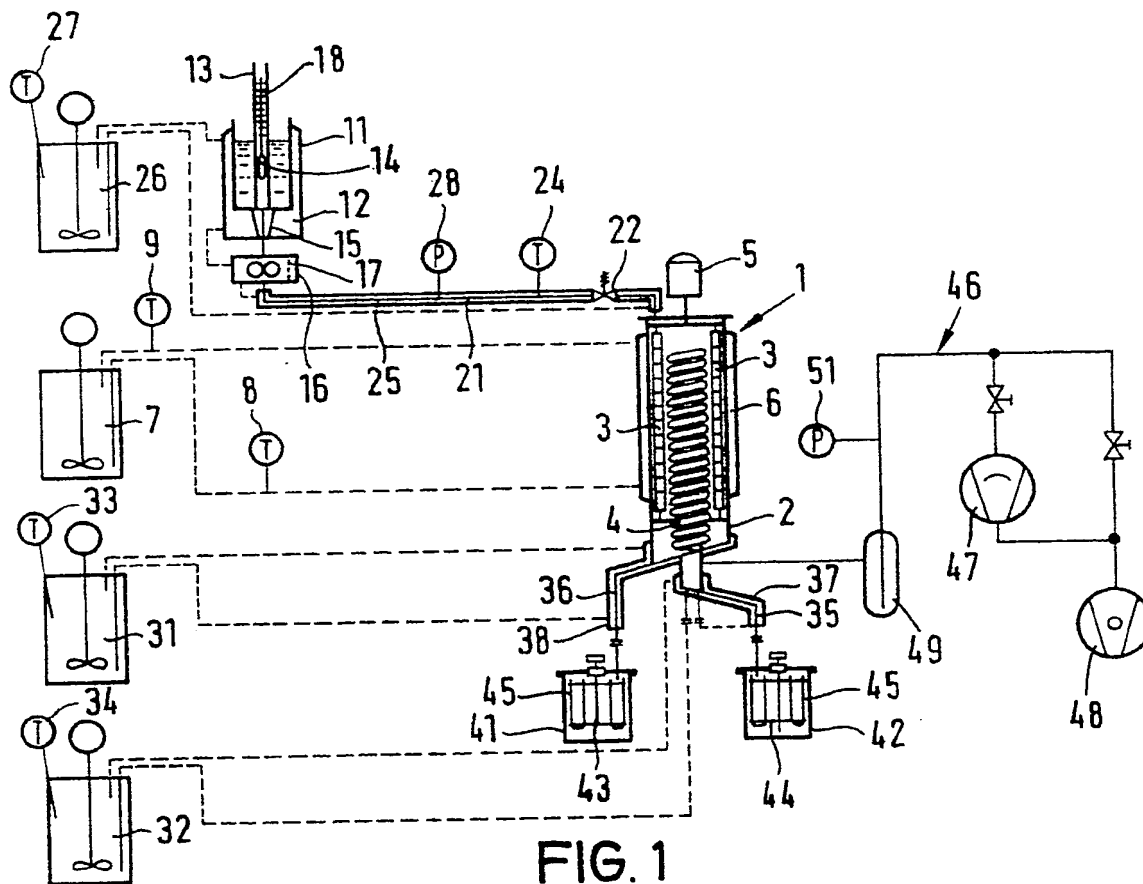


FIG. 1

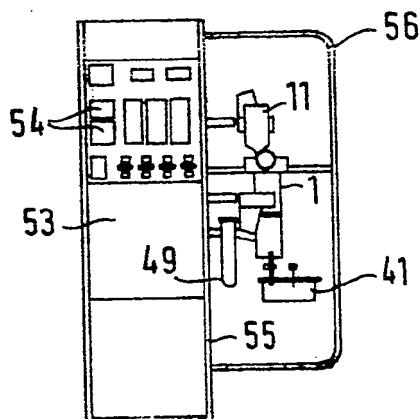


FIG. 2